(11)Publication number:

10-324969

(43)Date of publication of application: 08.12.1998

(51)Int.CI.

C23C 14/34 C23C 14/08 C23C 14/35 C23C 14/58 G11B 5/39

(21)Application number: 09-137044

27.05.1997

(71)Applicant: ULVAC JAPAN LTD

(72)Inventor: MORITA TADASHI

MATSUURA MASAMICHI YAMAMOTO NAOSHI

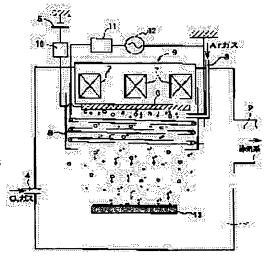
# (54) FORMATION OF EXTRA-THIN INSULATING COATING

## (57) Abstract:

(22)Date of filing:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for forming compound insulating coating extra—thin of several tens to several hundreds & angst; and favorable for the gap layer of a magnetic head and tunnel junction type GMP which has been difficult by the conventional method.

SOLUTION: The inside of a vacuum chamber 1 is provided with a magnetron cathode 9 provided with a metal target 6 connected to a d.c. power source 5, magnets 7 at the back and an RF coil increasing the ionizing rate on the front of the target, the electric power to be charged to the target and RF coil 8 for generating plasma and the flow rates of an inert gas for sputtering and a reactive gas to be introduced into the vacuum chamber are regulated, and the formation of metal coating on the substrate 13 provided opposite to the target and the conversion of the metal coating into an insulating compound are alternately executed.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

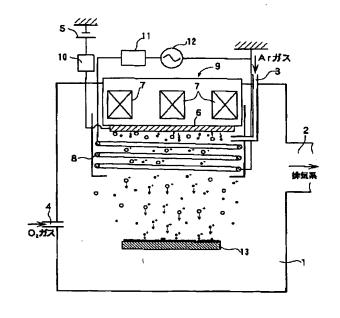
# 特開平10-324969

(43)公開日 平成10年(1998)12月8日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	FI
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34 M
14/08		14/08 A
14/35		14/35 Z
14/58		14/58 Z
G11B 5/39		G11B 5/39
		審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 8 頁)
(21) 出願番号	<b>特度平</b> 9-137044	(71) 出願人 000231464
		日本真空技術株式会社
(22) 出顧日	平成9年(1997)5月27日	神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地
		(72)発明者 森田 正
		茨城県つくば市東光台5-9-7 日本真 空技術株式会社筑波超材料研究所内
		(72)発明者 松浦 正道
		茨城県つくば市東光台5-9-7 日本真
		空技術株式会社筑波超材料研究所内
		(72)発明者 山本 直志
		茨城県つくば市東光台5-9-7 日本真
		空技術株式会社筑波超材料研究所内
		(74)代理人 弁理士 北村 欣一 (外3名)

#### (54) 【発明の名称】 極薄絶縁膜形成方法

## (57)【要約】







#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】真空室内に、直流電源に接続されたメタルターゲットとその背後の磁石及び該ターゲットの前方のイオン化率を高めるRFコイルを備えたマグネトロンカソードを設け、プラズマ発生のための該ターゲット及びRFコイルへの投入電力と、該真空室内へ導入するスパッタ用不活性ガス及び反応性ガスの流量とを制御し、該ターゲットに対向して設けた基板にメタル膜の成膜と該メタル膜の絶縁化合物化を交互に行うことを特徴とする極薄絶縁膜形成方法。

【請求項2】上記RFコイルを上記メタルターゲットと同じ材質の金属で製作したことを特徴とする請求項1に記載の極薄絶縁膜形成方法。

【請求項3】上記メタルターゲットに異常放電防止回路を介して直流電源に接続したことを特徴とする請求項1 に記載の極薄絶縁膜形成方法。

【請求項4】上記メタルターゲット及びRFコイルをアルミニウムとし、上記真空室内にアルゴンガスを制御して導入すると共に圧力を調整し、該メタルターゲット及びRFコイルに上記直流電源とRF電源から夫々電力を投入してプラズマを発生させ、基板に極めて薄いアルミニウム膜を成膜したのち、該ターゲットへの電力供給を停止し該真空室内にアルゴンガスの他に $O_2$ ガス又は $N_2$ ガスを導入してRFコイルによるプラズマで該アルミニウム膜を酸化又は窒化させ、その後この成膜と酸化又は窒化を繰り返して該基板上に極薄絶縁膜を形成することを特徴とする請求項1に記載の極薄絶縁膜形成方法。

【請求項5】真空室内に、直流電源に接続されたメタルターゲットとその背後の磁石及び該ターゲットの前方のイオン化率を高めるRFコイルを備えたマグネトロンカソードを設け、プラズマ発生のための該ターゲット及びRFコイルへの投入電力と、該真空室内へ導入するスパッタ用不活性ガス及び反応性ガスの流量とを制御し、該ターゲットに対向して設けた基板にメタル膜の成膜と該メタル膜の絶縁化合物化を行い、該絶縁化合物化された膜上に該絶縁化合物化を同時に行う反応性スパッタにより成膜を行うことを特徴とする極薄絶縁膜形成方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ハードディスク磁 気ヘッド等に適用される極薄の絶縁膜の形成方法に関す る。

[0002]

【従来の技術】従来、ハードディスク読み取り用磁気へッドとして、薄膜ヘッドや磁気抵抗(MR: Magneto-Re sistance)ヘッドが用いられており、これらのヘッドには $1000\sim2000$  Å程度の厚さの $A1_2O_3$ 膜がギャップ用絶縁膜として設けられている。この $A1_2O_3$ 膜を形成するには、ターゲットとして $A1_2O_3$ を使用したR

Fマグネトロンスパッタ法が一般に採用されているが、その生産性を重視する場合には、ターゲットにA1を用い、スパッタ中の雰囲気に $O_2$ ガスを導入し、A1をスパッタしながらプラズマ酸化を利用して $A1_2O_3$ 膜を形成する反応性スパッタ法を採用することも行われている。

【0003】また、スパッタカソードとして、ターゲットの背後に磁石を設けると共に該ターゲットの前方にRFコイルを設けた誘導結合RFプラズマ支援マグネトロンカソードが出願人により提案されている(特開平6-41739号公報)。このカソードは高真空中でプラズマの発生を持続でき、不純物や2次生成物の発生が少ない利点を持っている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】ハードディスクに関し て記録密度を向上させることの要求があり、これに伴い 読み取り用磁気ヘッドもスピンバルブ膜、多層膜やトン ネル効果を用いた巨大磁気抵抗(GMR)ヘッドに置き 換わると考えられており、そこに用いられる絶縁膜も数 十~数百Åの極めて薄いAl,O3やAlNなどの化合物 絶縁膜が必要になると予想されている。しかし、この程 度の極めて薄い例えばAl2O3膜を、従来のAl2O3タ ーゲットを用いたRFマグネトロンスパッタ法や反応性 スパッタ法で作製すると、リーク電流が10<sup>-6</sup> A/mm <sup>2</sup>以下で絶縁耐圧が5MV/cm以上の電気特性を有す る良質な絶縁膜は形成出来ない。これは以下の理由に基 づくと考えられている。即ち、下地のメタル膜とA1。 O3は "濡れ" が悪いため、メタル膜に接する領域のA  $1_2O_3$ 層は欠陥が入り易いが、 $A1_2O_3$ 膜が堆積してい くにつれこの欠陥が少なくなり、健全なA12O3層とな っていき、1000Å程度の厚い膜ではその電気特性も 満足なものになると考えられ、そのため、数十~数百Å の極めて薄いA 12O3膜を形成した場合、界面層近傍の 欠陥が多い部分の影響が顕著に現れ、上記電気特性の良 好な絶縁膜を形成出来ない、と考えられている。

【0005】本発明は、従来のスパッタ法では困難であった数十〜数百Åの極薄で磁気ヘッドのギャップ層やトンネル接合型GMRに好都合な化合物絶縁膜を形成する方法を提案することを目的とするものである。

【0006】 【課題を解決するための手段】本発明では、真空室内に、直流電源に接続されたメタルターゲットとその背後の磁石及び該ターゲットの前方のイオン化率を高めるRFコイルを備えたマグネトロンカソードを設け、プラズマ発生のための該ターゲット及びRFコイルへの投入電力と、該真空室内へ導入するスパッタ用不活性ガス及び反応性ガスの流量とを制御し、該ターゲットに対向して設けた基板にメタル膜の成膜と該メタル膜の絶縁化合物化を交互に行うことにより、上記の目的を達成するようにした。該RFコイルをメタルターゲットと同じ材質の



金属で製作し、該メタルターゲットには異常放電防止回路を介して直流電源に接続することが好ましい。また、メタルターゲット及びRFコイルをアルミニウムとし、上記真空室内にアルゴンガスを制御して導入すると共に圧力を調整し、該メタルターゲット及びRFコイルに上記直流電源とRF電源から夫々電力を投入してプラズマを発生させ、基板に極めて薄いアルミニウム膜を成したのち、該ターゲットへの電力供給を停止し該真空室内にアルゴンガスの他にO₂ガス又はN₂ガスを導入してRFコイルによるプラズマで該アルミニウム膜を酸化又は窒化させ、その後この成膜と酸化又は窒化を繰り返して該基板上に極薄絶縁膜を形成することにより、磁気ヘッドのギャップ層やトンネル接合型GMRの絶縁膜に適した極薄絶縁膜を形成できる。該絶縁化合物化された膜上

にメタルのスパッタと反応性ガスによる絶縁化合物化を

同時に行う反応性スパッタにより成膜を行うことも可能

#### [0007]

である。

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態を図面に基づ き説明すると、図1は本発明の実施に使用したスパッタ リング装置で、同図の符号1は真空ポンプに連なる排気 口2と、アルゴンガス等のスパッタ用ガスの導入口3及 びO。やN。等の反応性ガスを導入する反応性ガス導入口 4を設けた真空室を示す。該真空室1内には、直流電源 5に異常放電防止回路10を介して接続されたA1製等 のメタルターゲット6とその背後の磁石7及び該ターゲ ット6の前方のイオン化率を高めるRFコイル8を備え たマグネトロンカソード9が設けられる。このカソード 9は、上記した誘導結合RFプラズマ支援マグネトロン カソードとして公知のもので、RFコイル8はメタルタ ーゲット6の前方周囲を囲繞して設けられ、これにマッ チングボックス11を介してRF電源12から電力が供 給される。13は、表面に極薄の化合物の絶縁膜を形成 すべく該ターゲット6と対向して設けられた例えば直径 2インチの基板で、薄膜ヘッドやMRヘッド用の場合は その表面にメタル膜が下地膜として予め形成される。該 RFコイル8は該メタルターゲット6と同材質の例えば A1にて形成され、必要な場合は、その内部に冷却水を 循環させる。

【0008】図1の装置を使用して反応性スパッタにより基板13に極薄の化合物絶縁膜を形成するには、まず真空室1内を排気し、スパッタ用アルゴンガスをカソード9の近傍の導入口3から適量導入して圧力を調整したのち、メタルターゲット6に直流電力と、RFコイル8に高周波電力を夫々投入する。これによりターゲット6の前方にプラズマが発生し、イオンによりターゲット6がスパッタされ、スパッタされたメタル粒子が基板13に堆積する。メタルが例えば数十Å程度の極薄く堆積したところで、ターゲット6への投入電力を零にし、RFコイル8への高周波電力のみを投入した状態で反応ガス

導入口4から反応ガスを導入する。これによりターゲット6は殆どスパッタされず、導入された反応性ガスはRFコイル8のプラズマで励起・イオン化されるので堆積したメタル膜と速やかに反応し、化合物絶縁膜となる。 堆積した該メタル膜は極めて薄いので、薄膜内部までほぼ完全に化合した化合物膜になる。

【0009】このあと、前記したターゲット6のスパッタ工程と反応ガスの導入による化合物化工程を繰り返し、基板13上に例えば100 Å程度の極薄の化合物絶縁膜を形成する。これにより得られた化合物絶縁膜は、極薄でありながらリーク電流が小さく絶縁破壊電圧が高い良好な耐絶縁性をもち、絶縁性にバラつきのない化合物絶縁膜を形成でき、高密度記録を読み取る磁気ヘッドに好都合に適用できる。ターゲット6には化合して絶縁膜を形成する各種のメタルの使用が可能であり、例えば5iを使用すれば、5i02の極薄絶縁膜を形成でき、ターゲットを11、反応性ガスに02を使用して04 の極薄絶縁膜でき、ターゲットの材料と反応性ガスを適当に選択することで種々の極薄絶縁膜を形成できる。

【0010】該基板13へのメタルの堆積速度は主にタ ーゲット6へ投入する直流電力に依存し、スパッタされ たメタル粒子や反応ガスのイオン化や励起の程度は主に RFコイル8に投入する高周波電力に依存する。これは スパッタされた中性メタル粒子がRFコイル8のつくる プラズマゾーンを通過するときにイオン化されるという イオンプレーティングと同様なポストイオン化機構によ るためと考えられる。この傾向は2×10-3Torr以下の 低い圧力下でより顕著になる。該メタルターゲット6を 堆積させる際には、該ターゲット6への直流電力のみな らずRFコイル8に高周波電力を同時に投入することに より、イオン化効率が高まり、基板13の下地の上に被 覆性良く緻密で結晶性の良い数十Å程度の極薄いメタル 膜を堆積させ得る。そして、ターゲット6への直流電力 を零とし、RFコイル8への高周波電力のみとした状態 で反応性ガスを導入すると、スパッタされるメタルはほ とんどなく、RFコイル8によるプラズマで励起・イオ ン化され、堆積した極薄いメタル膜を迅速に反応させほ ぼ完全に化合物絶縁膜にする。

【0011】尚、RFコイル8による化合物化工程においては、ターゲット6からのスパッタ粒子によりRFコイル8の表面へメタル膜のコーティングが行われないため、むき出しになったRFコイル8の表面が誘導結合プラズマ放電によりスパッタされ、そのコイル材のスパッタ粒子が基板13の表面に付着するという汚染が考えられるが、このような汚染はRFコイル8をターゲット6と同材質で作製しておくことで防げる。

【0012】また、この反応性ガスのプラズマ励起・イオン化の際、ターゲット6の表面も反応してそこに化合物層が形成され、次のスパッタ工程に於ける直流放電が不安定になる場合がある。これは電気伝導度の小さい化

合物や絶縁物がターゲット表面に形成されると、直流放電ではその表面に正電荷が帯電し、カソード(ターゲット)とアノード(基板)との間の電位差を消失する方向に働くことが原因で、放電が不安定になったり、放電が停止する結果になる。この状態を解消するには、ターゲット表面にたまった正電荷をプラズマからの電子で中和すればよく、そのため該ターゲット6の直流電源5に異常放電防止回路10を介在させ、図2に示したように、一定の割合で正電位を発生させるようにし、この正電位となったときにターゲット表面にプラズマからの電子を

引き込んでターゲット表面にたまった正電荷を中和する

# ようにした。 【0013】

【実施例】図1に示した誘導結合RFプラズマ支援マグネトロンカソードを備えた装置を使用して、低抵抗シリコンの基板13上の約100 Åの極めて薄い $A1_2O_3$ の化合物絶縁膜を形成した。RFコイル8は水冷したA1 製で、A1 製のターゲット6に異常放電防止回路10を介して直流電源5を接続した。また、スパッタガスとしてアルゴンガスを導入口3から導入できるようにし、反応性ガスとして $O_2$ ガスを反応性ガス導入口4から導入できるようにした。カソード6の直径は2インチである。

【0014】該化合物絶縁膜の形成に先立ち、真空室1 内のアルゴンスパッタガス圧力を8×10-4 Torr、ター ゲット投入電力をDC40W一定にし、RFコイル8へ の投入電力を変化させて、Si基板13上へのAI膜堆 積速度と基板へ流入するイオン電流の変化を測定した。 なお、基板13には基板へ流入するイオン電流を測定で きるようにするため、-50Vを印加した。その結果は 図3の如くであり、A1膜堆積速度は、RFコイル8へ の投入電力にあまり依存していないことが分かる。A1 膜堆積速度は、通常のマグネトロンスパッタと同様にタ ーゲット6へ投入する電力に比例している。一方、基板 13に流入するイオン電流は、RFコイル8への投入電 力とともに急激に増加しており、この誘導結合RFプラ ズマ支援マグネトロンスパッタ法がスパッタ粒子のイオ ン化促進に極めて有効であること示している。この基板 へ流入するイオンは、A1イオンとArイオンである。 【0015】この結果を基に、図1の装置により、A1 メタル膜を堆積するスパッタ工程と、その膜をプラズマ 酸化により化合物化する化合物化工程とを図4に示した 手順に従って繰り返し、約100Åの極めて薄い電気特 性の優れたAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の化合物絶縁膜を形成した。スパッ タアルゴンガス圧力は8×10-4Torr、Si基板の温度 は室温とした。

【0016】詳細には、ターゲット6への直流電力を130W、RFコイル8への高周波電力を50W、Arガスを15sccm、O2ガスを0sccmとし、この条件で18秒スパッタし、まず厚さ約30Å程度のAlメ

タル膜を基板に堆積させた。続いてターゲットへの直流電力を0V、RFコイル8への高周波電力をそのまま50Wを維持し、スパッタアルゴンガスの流量もそのまま15sccmに維持し、 $O_2$ ガスを30sccm真空室内へ導入して、RFコイル8による誘導結合プラズマのみを60秒間発生させて堆積した該A1 メタル膜をプラズマ酸化させ  $A1_2O_3$  膜とした。更にこの $A1_2O_3$  膜の上に次のメタル膜を約30  $^{1}$ 

【0017】ここで作製した膜の深さ方向組成分析をオージェ電子分光法を用いて評価したところ、膜組成は膜の深さ方向に対して安定しており、検出されたA1の分光ピークはすべて酸素と結合した状態において得られるエネルギー値であった。その分析結果を図5に示す。比較のためメタル膜を約45Åの厚さで同様に前記A1メタル膜のスパッタ条件で堆積させ、同様にプラズマ酸化させて作製した試料を評価すると、膜は、深さ方向に対して酸素の含有量にばらつきがあり、検出されたA1のピークは酸素と結合した状態において得られるエネルギー値に加え、金属状態のA1からのエネルギー値においてもピークが検出されていた(図6)。これは、メタルでもピークが検出されていた(図6)。これは、メタルで、でででででででででである。次のメタルA1層が堆積されたためと考えられる。

【0018】そして、得られたA12O3膜の電気特性を測定するため、特別にこの膜の上に500μm□のCu電極をスパッタ法により堆積させた。このようにして得た膜のV-I特性を図7に示した。このA12O3膜は、膜厚が約100Åと極めて薄いにもかかわらず、絶縁物特有のV-I特性になっていることがわかる。また、図8には、測定された絶縁膜のリーク電流と絶縁破壊電圧とリーク電流とに、先のV-I測定で膜の絶縁が破れたときの電圧とは、先のV-I測定で膜の絶縁が破れたときの電圧とは、先のV-I測定で膜の絶縁が破れたときの電圧とは、先のV-I測定で膜の絶縁が破れたときの電圧と電流と定義した。また、比較のため、反応性スパッタ法で作成した同じ膜厚のA12O3膜の測定結果も併記した。この反応性スパッタの条件は、本発明の方法の化合物化条件にA1をスパッタするための条件の1つであるターゲットに直流電力を130W加えたものである。

【0019】本発明の方法(メタル堆積/プラズマ酸化積層法)と従来の反応性スパッタ法で得られた膜の特性を比較すると、反応性スパッタ膜の方がバラツキが大きく、小さな電圧で膜の絶縁破壊を起こしている。これは反応性スパッタではじめから $A1_2O_3$ 膜を堆積すると、下地のSiballower に接する $A1_2O_3$  膜には欠陥が入り易いためと考えられる。他方、本発明のメタル堆積/プラズマ酸化積層法では、最初にSiballower が良いA1 膜がSirme 可に級密





に形成され、その後プラズマ酸化により $A1_2O_3$ 化されるので、形成された $A1_2O_3$ 膜は界面近傍でも欠陥の少ない良質な膜が形成されたものと推定される。尚、本発明の方法で約1000 発程度の厚い膜を堆積させ、その屈折率を測定したところ、バルクの $A1_2O_3$  と同じ $1.71\sim1.72$ の値が得られており、屈折率の値からも本発明の方法により得られた膜がバルクの $A1_2O_3$  並の優れた膜であることが裏付けられている。

【0020】尚、本発明の方法と同様に、最初スパッタ法で所要の膜厚、例えば100歳のA1膜を形成し、その後別のプラズマ酸化装置で該A1膜を酸化させてみたが、A1膜の表層30歳程度のみが酸化されるだけで、膜内部まで酸化されないため、絶縁物特有のV-I特性を得ることは出来なかった。

【OO21】実施例では、Al2O3膜の例を示したが、 SiO<sub>2</sub>、AlNなどの種々の絶縁膜や化合物材料への 適用が可能である。本発明の方法は、同一チャンバー内 に、メタルをスパッタする機構と雰囲気ガスをプラズマ で励起できる機構の両方を備えており、且つそれらがほ ぼ独立に制御出来るようになっていれば、原理的に実施 可能である。従って図1に例示した装置以外でも、例え ば図9(a)のようにRFコイルがターゲットと基板の 中間に設置してあるスパッタ装置、図9(b)のように 熱フィラメントにより熱電子を発生させてプラズマを形 成できる3極ないし4極型スパッタ装置、図9(c)の ようにECR (電子サイクロトロン共鳴)ないしはマイ クロ波でプラズマを発生できるECRないしはマイクロ 波スパッタ装置などで実施できる。また、実施例ではハ ードディスク磁気ヘッドの絶縁膜スパッタプロセスにつ いて述べたが、その他、フラットパネルディスプレーは じめ種々の電子機器デバイス薄膜作製プロセスへの適用 が可能である。更に、ここでは化合物の厚膜を得るの に、スパッタ工程と化合物化工程を交互に繰り返した が、下地との"濡れ"の悪い第1層の化合物層のみをこ の方法により作成し、第2層以降はいわゆる反応性スパッタにより一挙に化合物層を形成してもよい。

#### [0022]

【発明の効果】以上のように本発明によるときは、イオン化率を高めるRFコイルを備えたマグネトロンカソードを設け、ターゲット及びRFコイルへの投入電力と、真空室内へ導入するスパッタ用不活性ガス及び反応性ガスの流量とを制御し、基板にメタル膜の成膜と該メタル膜の絶縁化合物化を交互に行うようにしたので、基板に数十〜数百 Å程度の従来のスパッタ法では困難であった電気特性の良好な極薄絶縁膜を形成することができ、高密度化されたハードディスク磁気へッドの製造に好都合に適用できる等の効果がある。

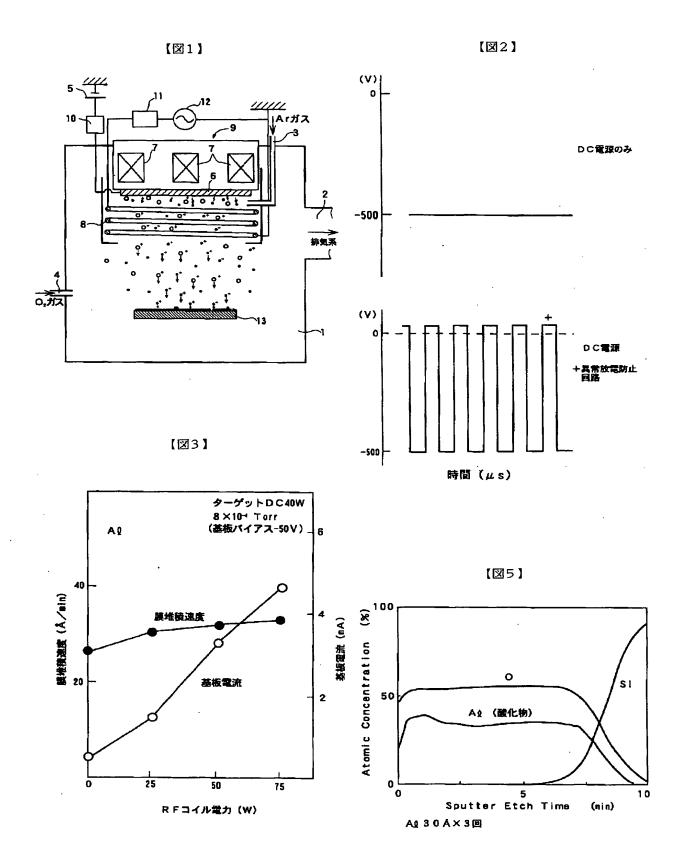
### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法の実施に使用した装置の切断側面 図

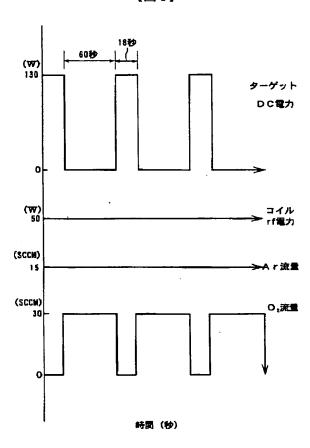
- 【図2】図1のカソードに印加される電圧の特性図
- 【図3】RFコイル電力と膜堆積速度の関係図
- 【図4】本発明方法の実施の手順の線図
- 【図5】本発明方法で得られた膜のオージェ電子分光法 による化学組成分析図(30Å)
- 【図6】本発明方法で得られた膜のオージェ電子分光法 による化学組成分析図(45Å)
- 【図7】本発明方法で得られた膜のリーク電流と電圧の 関係図
- 【図8】本発明方法で得られた膜のリーク電流と絶縁破 壊電圧の関係図
- 【図9】本発明の方法を実施できる他のスパッタ装置の 説明図

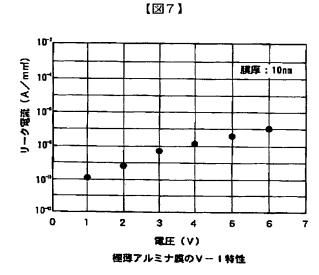
#### 【符号の説明】

1 真空室、3 スパッタガス導入口、4 反応性ガス 導入口、5 直流電源、6 メタルターゲット、7 磁 石、8 RFコイル、9 マグネトロンカソード、10 異常放電防止回路、13 基板、

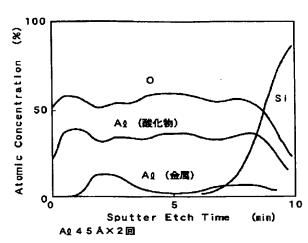




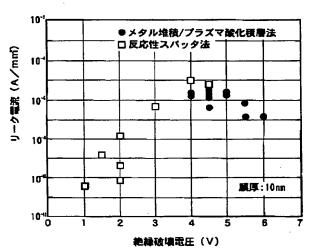




# 【図6】



# 【図8】



**極薄アルミナ膜のV-!特性** 

【図9】

